

КОМПЛЕКСНАЯ МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМИ МЕТОДАМИ

Н.Н. Коваль^{1, 2)}, Ю.Ф. Иванов^{1, 2)}, Ю.Х. Ахмадеев¹⁾, И.В. Лопатин¹⁾,
Е.А. Петрикова^{1, 2)}, О.В. Крысина^{1, 2)}, В.В. Шугуров¹⁾

¹⁾Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук (ИСЭ СО РАН), пр. Академический 2/3, Томск, 634055, Россия, koval@opee.hcei.tsc.ru, yufi55@mail.ru, ahmadeev@opee.hcei.tsc.ru, lopatin@opee.hcei.tsc.ru, elizmarkova@yahoo.com, krycina_82@mail.ru, shugurov@opee.hcei.tsc.ru

²⁾Национальный исследовательский Томский государственный университет, пр. Ленина 32, Томск, 634050, Россия

Представлены результаты, полученные при исследовании фазового и элементного состава, дефектной субструктуры, механических и трибологических свойств технически чистого титана ВТ1-0, подвергнутого комбинированной обработке, сочетающей азотирование в плазме газового разряда низкого давления и нанесение нитридного покрытия. Выполнен анализ закономерностей, рассмотрены физические механизмы модификации структуры, выявлены оптимальные режимы воздействия, позволяющиекратно повысить микротвердость и износостойкость титанового сплава.

Введение

В большинстве случаев физические, химические, прочностные и другие основные свойства поверхности материалов и изделий определяют срок службы деталей, машин и механизмов [1-3]. С точки зрения модификации поверхности перспективными являются комплексные электронно-ионно-плазменные методы [4], сочетающие в различной последовательности обработку материала плазменными потоками, ионными пучками, облучение ускоренными электронами и т.д. [4, 5]. Известно, что титан и его сплавы характеризуются высоким коэффициентом трения в парах с практически любыми металлами, что связано со способностью титана налипать на сопряженную с ним поверхность и задирааться [6]. Т.о. износ детали из титана становится чрезмерно высоким, что существенно ограничивает использование титана и его сплавов в промышленности. Следовательно, применение титана без модифицированной поверхности в ряде случаев экономически не оправдано.

Целью настоящей работы является выявление и анализ закономерностей формирования структуры и свойств поверхностного слоя титана, подвергнутого азотированию в плазме газового разряда низкого давления с последующим нанесением нитридного покрытия.

Основная часть

В качестве материала исследования был выбран технически чистый титан марки ВТ1-0. Насыщение поверхности образцов азотом осуществляли в плазме несамостоятельного дугового разряда низкого давления с использованием источника газоразрядной плазмы «ПИНК» (ИСЭ СО РАН, г. Томск) [7]. Азотирование осуществляли при температурах 550, 600, 650, 700 °С в течение 1, 3 и 5 часов.

Синтез покрытий на поверхности исходных образцов из технически чистого титана ВТ1-0 и образцов титана ВТ1-0, подвергнутых предварительному азотированию, проводили на модернизированной ионно-плазменной установке «КВИНТА» (ИСЭ СО РАН, г. Томск), предназначенной

для электродугового азотирования и плазменно-ассистированного вакуумно-дугового синтеза покрытий различного назначения. Наносили покрытие состава TiN и TiCuN толщиной 0.5 мкм.

Тестирование образцов до и после азотирования выявило увеличение твердости поверхностного слоя обработанного материала более чем в 3 раза. Установлено, что упрочнение поверхностного слоя титана зависит как от температуры, так и от времени азотирования. А именно, при температуре 500 °С упрочнение поверхностного слоя при указанных нагрузках на индентер не выявляется, что, очевидно, свидетельствует о низком уровне насыщения поверхностного слоя азотом. При температурах 600 °С и 650 °С наблюдается упрочнение поверхностного слоя и лицевой, и тыльной сторон образцов (более существенное – на лицевой стороне образца и менее существенное – на тыльной). Упрочнение поверхностного слоя обеих сторон образцов титана, азотированных при температуре 650 °С, носит затухающий характер. При температуре 600 °С азотирование лицевой стороны образца также носит затухающий характер; на тыльной стороне образцов выявлено линейное увеличение твердости поверхностного слоя материала с ростом времени азотирования.

Трибологические испытания образцов после азотирования и сравнительный анализ профилограмм дорожек износа показали, что увеличение твердости поверхностного слоя титана после азотирования более, чем в 3 раза, приводит к снижению (более, чем в 4 раза) коэффициента трения и повышению (более, чем в 8 раз) износостойкости лицевой поверхности образцов, подвергнутых азотированию при температуре 650 °С (3 ч). Азотирование при других условиях (вариация температуры и времени) приводит к формированию модифицированного поверхностного слоя с более низкими трибологическими характеристиками. Это обусловлено, с одной стороны, сравнительно низким уровнем азотирования (при температурах азотирования ниже 650 °С), а с другой стороны, интенсификацией процесса травли поверхностного слоя с увеличени-

ем времени азотирования при 650 °С. Следовательно, можно предположить, что для указанных в работе параметров оптимальным будет азотирование при температуре 650 °С в течение 3 час.

Исследования, выполненные методами рентгеноструктурного анализа, выявили наличие в поверхностном слое титана, подвергнутого азотированию при температуре 650 °С (3 час.) ϵ -фазы (Ti_2N), содержание которой для лицевой стороны составляет 24.8 % и для тыльной стороны – 1.8 %. Частицы ϵ -фазы, как показали исследования, выполненные методами сканирующей электронной микроскопии, располагаются в объеме на границах зерен и субзерен. На тыльной стороне образца средние размеры частиц, расположенных на границах зерен, составляют 0.3 мкм; на границах субзерен – 0.1 мкм. На лицевой стороне образца средние размеры частиц, расположенных в объеме и на границах зерен и субзерен, равны 0.25 мкм. Микрорентгеноспектральный анализ выявил присутствие на обеих сторонах образца атомов азота, концентрация которых на тыльной стороне составляет 33 ат.%, на лицевой – 36 ат. %.

Таким образом, увеличение прочностных и трибологических характеристик материала обусловлено насыщением кристаллической решетки атомами азота, формированием субзеренной структуры и выделением частиц нитрида титана Ti_2N . Азотирование лицевой поверхности образца сопровождается выделением частиц нитрида титана практически равномерно по поверхности образца; на тыльной стороне преимущественными местами выделения частиц нитрида титана являются границы зерен и субзерен.

После синтеза износостойких нанокристаллических покрытий состава TiN и TiCuN на поверхности технически чистого титана ВТ1-0, находящегося в исходном состоянии и подвергнутого азотированию, были выполнены электронно-микроскопические исследования структуры покрытия. Показано, что покрытия имеют столбчатую структуру (рис. 1а, б); размер кристаллитов покрытия TiN изменяется в пределах 80-100 нм; размер кристаллитов покрытия состава TiCuN изменяется в пределах 10-20 нм.

Методами рентгеноструктурного анализа установлено, что покрытие состава TiN имеет ГЦК кристаллическую решетку с параметром $a = 0.42584$ нм; размер областей когерентного рассеяния (ОКР) $D = 10$ нм; величина упругих микроискажений кристаллической решетки $\Delta d/d = 4.7 \cdot 10^{-3}$. Покрытие состава TiCuN также имеет ГЦК кристаллическую решетку с параметром $a = 0.42824$ нм; $D = 11$ нм; $\Delta d/d = 4.5 \cdot 10^{-3}$.

Твердость покрытия состава TiCuN (35-40 ГПа) в ≈ 2 раза выше твердости покрытия TiN (20-25 ГПа). Твердость системы покрытие (TiCuN) / (ВТ1-0) подложка исследовали методами наноиндентирования. На рис. 2 представлены результаты, демонстрирующие изменение твердости системы покрытие (TiCuN) / (ВТ1-0) подложка в зависимости от нагрузки на индентор. Отчетливо видно, что покрытие, нанесенное на исходные образцы титана, уже при минимальных (20-25 мН) нагрузках на индентор разрушается, и прибор

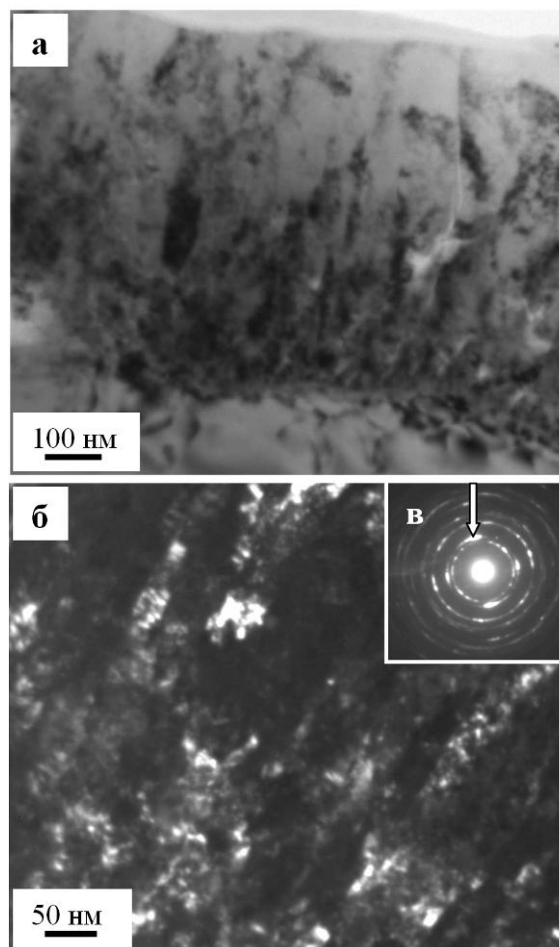


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение покрытия состава TiCuN ; а – светлое поле; б – темное поле, полученное в рефлексе $[200]\text{TiCuN}$; в – микроэлектроннограмма (стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле).

фиксирует твердость исходного титана (рис. 2, кривая 2). Предварительное азотирование титана способствует формированию протяженного поверхностного слоя, твердость которого кратно (до 4 раз) превосходит твердость образца исходного титана (рис. 2, кривая 1).

По результатам исследований износостойкости системы покрытие/подложка, установлено, что нанесение твердого покрытия на поверхность образцов титана, не подвергавшихся дополнительному азотированию сопровождается увеличением скорости износа в ≈ 1.5 раза.

Причиной этому является разрушение покрытия вследствие наличия сравнительно мягкой подложки и быстрого изнашивания подложки в присутствии твердых частиц покрытия. Нанесение покрытия на поверхность образцов титана, предварительно подвергавшихся азотированию при температуре 650 °С (3 ч), способствует снижению скорости изнашивания в ≈ 80 раз. Учитывая представленные выше результаты, можно отметить, что нанесение покрытия на поверхность титана, подвергнутого предварительному азотированию, снижает скорость изнашивания материала в ~ 10 раз относительно азотированных образцов титана без покрытия.

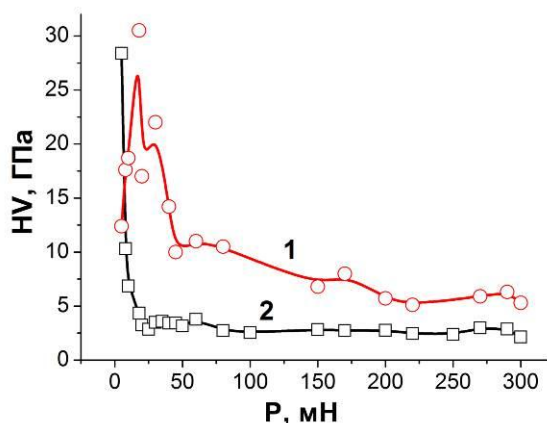


Рис. 2. Зависимость микротвердости системы покрытие (TiCuN) / (титан) подложка от нагрузки на индентер; 1 – покрытие нанесено на образец титана после азотирования при температуре 650 °С (3 час.); 2 – покрытие нанесено на исходный образец титана.

Закключение

Выполнен анализ структуры и свойств технически чистого титана марки VT1-0, подвергнутого азотированию в плазме газового разряда низкого давления с использованием плазмогенератора «ПИНК». Выявлен оптимальный режим азотирования, позволивший более чем в 4 раза снизить коэффициент трения, повысить более чем в 8 раз износостойкость и более чем в 3 раза микротвердость технически чистого титана VT1-0. Показано, что увеличение прочностных и трибологических характеристик материала обусловлено насыщением кристаллической решетки титана атомами азота, формированием субзеренной структуры, выделением частиц нитрида титана Ti_2N .

Установлено, что формирование твердого нанокристаллического покрытия состава TiCuN и TiN на поверхности титана не способствует улуч-

шению трибологических свойств материала. Формирование твердого нанокристаллического покрытия на образцах титана, подвергнутых предварительному азотированию, приводит к многократному (до 80 раз относительно исходного состояния и до 10 раз относительно состояния после азотирования) увеличению износостойкости материала.

Исследование выполнено за счет гранта РНФ (проект № 14-29-00091).

Список литературы

1. Берлин Е.В., Коваль Н.Н., Сейдман Л.А. Плазменная химико-термическая обработка поверхности стальных деталей. М.: Техносфера, 2012. 464 с.
2. Будилов В.В., Коваль Н.Н., Киреев Р.М. Рамазанов К.Н. Интегрированные методы обработки конструктивных и инструментальных материалов с использованием тлеющих и вакуумно-дуговых разрядов. М.: Машиностроение, 2013. 320 с.
3. Ласковнев А.П., Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А., Коваль Н.Н., Углов В.В., Черенда Н.Н., Бибик Н.В., Асташинский В.М. Модификация структуры и свойств эвтектического силумина электронно-ионно-плазменной обработки / Под ред. Ласковнева А.П. Минск: Беларус. наука, 2013. 287 с.
4. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов: Учебник / В.А. Грибков, Ф.И. Григорьев, Б.А. Калинин и др. М.: Круглый стол, 2001. 528 с.
5. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов: Монография / К.К. Кадыржанов, Ф.Ф. Комаров, А.Д. Погребняк и др. - М.: Изд-во МГУ, 2005. 640 с.
6. Титановые сплавы в машиностроении / Б. Б. Чечулин, С. С. Ушков, И. Н. Разуваева, В. Н. Гольдфайн. Л.: «Машиностроение», 1977. 248 с.
7. Винтизенко Л.Г., Григорьев С.В., Коваль Н.Н., Толкачев В.С., Лопатин И.В., Щанин П.М. // Известия ВУЗов. Физика. 2001. Т. 44. № 9. С. 28-35.

COMPLEX MODIFICATION OF TITANIUM ALLOY SURFACE BY ION-PLASMA METHOD

Nikolay Koval^{1,2}, Yuriy Ivanov^{1,2}, Yuriy Akhmadeev¹, Ilya Lopatin¹,
Elizaveta Petrikova^{1,2}, Olga Krysina^{1,2}, Vladimir Shugurov¹

¹Institute of High Current Electronics SB RAS, 2/3 Akademicheskoy ave., Tomsk, 634055, Russia
kaval@opee.hcei.tsc.ru, yufi55@mail.ru, ahmadeev@opee.hcei.tsc.ru, lopatin@opee.hcei.tsc.ru,
elizmarkova@yahoo.com, krysina_82@mail.ru, shugurov@opee.hcei.tsc.ru

²National Research Tomsk State University, 32 Lenin ave. Tomsk, 634050, Russia

The results obtained in the study of phase and elemental composition, defect substructure, mechanical and tribological properties of commercially pure titanium VT1-0 subjected to a combined treatment have been shown. The last one includes nitriding in plasma gas discharge of low pressure and nitride coating deposition. The analysis of laws have been carried out, physical mechanisms of the modification of the structure have been discussed, the optimal modes of treatment, allowing a multiple increase microhardness and wear resistance of the material have been detected.